

A4

(19) 日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-214491

(43) 公開日 平成11年(1999)8月6日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>  
 H01L 21/68  
 C04B 35/581  
 H01L 21/205  
 21/3065

識別記号

F I  
 H01L 21/68 N  
 21/205  
 C04B 35/58 104 Y  
 H01L 21/302 B

審査請求 未請求 請求項の数 3 FD (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平10-25063

(22) 出願日 平成10年(1998)1月22日

(71) 出願人 000221122  
 東芝セラミックス株式会社  
 東京都新宿区西新宿1丁目26番2号

(72) 発明者 佐野 幸司  
 神奈川県秦野市曾屋30番地 東芝セラミックス株式会社開発研究所内

(72) 発明者 大嶋 一之  
 神奈川県秦野市曾屋30番地 東芝セラミックス株式会社開発研究所内

(72) 発明者 村松 滋子  
 神奈川県秦野市曾屋30番地 東芝セラミックス株式会社開発研究所内

(74) 代理人 弁理士 木下 茂 (外1名)

(54) 【発明の名称】ウエハ保持装置及びその製造方法

## (57) 【要約】

【課題】 高温下で、ハロゲン系ガス雰囲気に曝されても焼結体粒子の脱落によるパーティクルの発生が抑制され、且つウエハとウエハ保持装置との摩擦によるパーティクルの発生も回避され、パーティクルの発生を低減でき、耐食性に優れたウエハ保持装置及びその製造方法を提供する。

【解決手段】 窒化アルミニウム焼結体から成り、半導体製造工程で用いられるウエハ保持装置に於いて、該ウエハ保持装置表面が、結晶粒子表面から形成され、その表面粗さ (R a) が 0.6 μm 以下であり、該窒化アルミニウム焼結体の平均粒径が 3 μm 乃至 6 μm であることを特徴とする。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 窒化アルミニウム焼結体から成り、半導体製造工程で用いられるウエハ保持装置に於いて、該ウエハ保持装置表面が、結晶粒子表面から成り、その表面粗さ (R a) が 0.6 μm 以下であり、該窒化アルミニウム焼結体の平均粒径が 3 μm 乃至 6 μm であることを特徴とするウエハ保持装置。

【請求項 2】 窒化アルミニウム焼結体から成り、半導体製造工程で用いられるウエハ保持装置の製造方法に於いて、窒化アルミニウム粉末を焼成して得られた焼結体表層の結晶粒子を研削加工して脱落させ、平均粒径が 3 μm 乃至 6 μm である内部結晶粒子を表出させて、該窒化アルミニウム焼結体の表面を表面粗さ (R a) が 0.6 μm 以下に形成することを特徴とするウエハ保持装置の製造方法。

【請求項 3】 前記窒化アルミニウム粉末を焼成して得られた焼結体表層の結晶粒子を研削加工して脱落させる際の研削加工条件は、比研削抵抗値が 5 乃至 20 kg/mm<sup>2</sup> · mm であることを特徴とする請求項 2 に記載されたウエハ保持装置の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、窒化アルミニウム焼結体から成り、半導体製造工程で用いるサセプターや静電チャックなどのウエハ保持装置及びその製造方法に關し、より詳細には CVD、ドライエッチング工程等のハロゲン系ガスのプラズマ環境で使用されるウエハ保持装置及びその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、窒化アルミニウム焼結体は、CF<sub>4</sub> や C<sub>2</sub>F<sub>6</sub> のハロゲン系ガスに対する耐食性に優れた部材として知られ、CVD、ドライエッチング工程等で使用される装置において、ウエハを保持するサセプターや静電チャックとして広く用いられている（例えば、特開平 8-208338 号公報等）。このようなウエハ保持装置は、一般に、窒化アルミニウム粉末等の原料を所定の形状に成形し、それを焼成し、得られた焼結体を研削加工して完成品形状に仕上げる等の方法により作製されている。

【0003】 窒化アルミニウム焼結体を形成するための原料には、窒化アルミニウムの焼結性向上のため、あるいは焼結体の熱伝導率を更に高めるため等の目的で、通常、希土類酸化物、ニッケル化合物等の焼結助材の少量を添加、配合したものが一般に用いられている。そのため、窒化アルミニウム焼結体に存在する粒界相に、焼結助材等が存在する。そして、例えばこの窒化アルミニウム焼結体から成るサセプターを、高温加熱下にハロゲン系ガスのプラズマ雰囲気中に曝すと、該粒界相部分、特に焼結体表面に存在する粒界相が選択的、集中的にエッチングされ、耐食性に劣っていた。その結果、結晶粒子

を固定する焼結助材を失い、結晶粒子が脱落し、パーティクルとなっていた。この課題を解決するために、粒界相の存在密度（粒界の存在する割合）をできるだけ減少させることが考えられる。そのためには、結晶粒子の粒径を大きくすればよい。このような耐食性の観点と焼結体の強度の観点から一般に、窒化アルミニウム焼結体の平均粒径が 3 μm 以上となるように焼成されている。

【0004】 しかし、成形体は外側から加熱されるので、一般に、焼成して得られた焼結体表面乃至その極近傍部分、つまり、焼結体表層の結晶粒子は内部のそれと比較して成長が進み、より粗大化しやすく、通常この種の焼結体は、焼結体表層の結晶粒子だけが大きく、その内部は表面部分より細密なほぼ均一の内部結晶粒子から成るコア・シェル型構造を有する。そのため、一般に、全体としての平均粒径が 3 μm 以上の粒径となるまで焼成した窒化アルミニウム焼結体では、その表層の結晶粒径は 6 μm を越え、従って、焼成後、何ら加工を施さない状態のままでは焼結体表面はその表面粗さが R a で 0.6 μm を越える程大きいため、載置ウエハと保持

装置との摩擦により、パーティクルが発生した。

【0005】 また、反応ガスとして C<sub>2</sub>F<sub>6</sub> や C<sub>4</sub>F<sub>8</sub> 等が用いられるが、これが窒化アルミニウムと反応して窒化アルミニウム焼結体から成るウエハ保持装置表面にフッ化アルミニウム膜が形成され、このウエハ保持装置表面に形成されたフッ化アルミニウム膜と窒化アルミニウムとは熱膨張係数に差があるため、フッ化アルミニウム膜が剥離しパーティクルとなっていた。これらの不都合を回避するため、従来からウエハ保持装置表面を研削加工し、その表面を、可能な限り鏡面状態に近付け、ウエハ保持装置の摩擦の問題を解消し、表面積を小さくすることにより、フッ化アルミニウムの生成量を減らしてきた。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、鏡面状態に近づけても、焼結体表面には依然として粒界相が存在し、ハロゲン系ガス雰囲気中で、この部分が選択的、集中的にエッチングされ、この表面部分の窒化アルミニウム結晶粒子が結晶粒子を固定していた焼結助材を失って脱落する。その結果、脱落した粒子がパーティクルとなっていた。

【0007】 本発明者等は、この従来の窒化アルミニウム焼結体ウエハ保持装置の問題点を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、焼結体の粗大結晶粒子から成る表層部分を、鏡面に近づけるのではなく、研削抵抗を一定条件下で研削することにより、脱落させて取り除き、平均粒径が 3 μm 乃至 6 μm の内部結晶粒子表面でウエハ保持装置表面を構成することにより解決されることを知り本発明を完成した。従って、本発明の目的は、高温下で、ハロゲン系ガス雰囲気に曝されても焼結体粒子の脱落によるパーティクルの発生が抑制され、且つウエハとウエハ

保持装置との摩擦によるパーティクルの発生も回避された耐食性に優れ、パーティクルの発生を低減させたウエハ保持装置を提供することにある。また本発明の他の目的は、上記ウエハ保持装置の製造方法を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するためになされた本発明にかかるウエハ保持装置は、窒化アルミニウム焼結体から成り、半導体製造工程で用いられるウエハ保持装置に於いて、該ウエハ保持装置表面が、結晶粒子表面から成り、その表面粗さ (R a) が 0.6 μm 以下であり、該窒化アルミニウム焼結体の平均粒径が 3 μm 乃至 6 μm であることを特徴とする。

【0009】上記目的を達成するためになされた本発明にかかるウエハ保持装置の製造方法は、窒化アルミニウム焼結体から成り、半導体製造工程で用いられるウエハ保持装置の製造方法に於いて、窒化アルミニウム粉末を焼成して得られた焼結体表層の結晶粒子を研削加工して脱落させ、平均粒径が 3 μm 乃至 6 μm である内部結晶粒子を表出させて、該窒化アルミニウム焼結体の表面を表面粗さ (R a) が 0.6 μm 以下に形成することを特徴とする。ここで、前記窒化アルミニウム粉末を焼成して得られた焼結体表層の結晶粒子を研削加工して脱落させる際の研削加工条件は、比研削抵抗値が 5 乃至 20 kg/mm<sup>2</sup> · mm であることが望ましい。

【0010】本発明は、ウエハ保持装置を構成する窒化アルミニウム焼結体の粒径 6 μm を越える粗大結晶粒子から成る表層部分を、従来のように鏡面状態にするのではなく脱落させて取り除き、内部の平均粒径 3 μm 乃至 6 μm の比較的均一な結晶粒子を表出させ、これをウエハ保持装置表面とした点に顕著な特徴を有するものである。

【0011】結晶粒子の平均粒径が 3 μm より小さいと、焼結体密度が低下し 95% 以下となり、強度、気密性が低下するが、本発明の保持装置は、平均粒径 3 μm 乃至 6 μm の比較的均質な結晶粒子から成っているので焼結体密度も高く、従って強度的にも強い。また表面粗さ (R a J I S B 0601-1979) も、粒子が平均粒径 3 μm 乃至 6 μm の範囲に在り比較的均質であるため、0.6 μm 以下と平滑で、ウエハを載置してもウエハとウエハ保持装置との摩擦によりパーティクルを生成させることもない。

【0012】ここで強調すべき重要な点は、従来のように粗大結晶粒子を研削加工により、鏡面状態とし、その結晶粒子内を表面としても、本願発明の上述した耐食性等の優れた諸効果を達成することができないことである。本発明の、例えば、研削抵抗を一定条件下で研削する等の方法で、焼結体表層の粗大結晶粒子を脱落させて取り除き、内部結晶粒子の粒子表面を表面として露出させた焼結体の表面が、鏡面状態とし結晶粒子の内部が露

出した従来の焼結体表面層に比べて、何故にこの様に耐食性等に優れた異なる特性を示すのかについては、未だ、十分に解明されたわけではない。

【0013】しかしながら、現時点での推測によれば、おそらく焼成、冷却時に自然に成長した粒子の結晶粒子の表面はそれが形成される時点で全体として最も安定な形態をとるものと考えられ、従って、結晶粒子内部が露出した鏡面状態に比べ化学的にもより安定で、腐食等にも強いと考えられる。特に、従来のように鏡面状態とする研削加工においては、その研削抵抗が高いため、結晶粒子に与える衝撃が大きく、粒界相や粒子にミクロ的な微細傷、ひび割れ、歪み等が生じ易く、このような局所点は腐食が進行しやすいと考えられるが、本発明の焼結体表面では研削抵抗が低いため、この様な局所点の発生を可及的に少なくできるためではないかと考えられる。

【0014】更に、結晶粒子が研削加工によりその粒子内部が削られて表出した状態では、結晶粒子の結晶方位が水平方向である部分がウエハ保持装置の表面を形成しており、プラズマ環境等の厳しい環境下に曝されると容易に侵蝕されるのに対し、本発明の焼結体表面の場合は、結晶粒子の内部が削られてることが無く、焼結により自然形成された粒子表面がそのまま表出するため、結晶粒子の結晶方位が垂直方向である部分がウエハ保持装置の表面を形成しており、プラズマ環境等の厳しい環境下に曝されても容易に侵蝕されることがないのではないかと推測される。後記実施例に明瞭に示されているように、表面を鏡面状態として結晶粒子内部が表出した状態の比較例 2、3 の焼結体は、結晶粒子の脱落が激しいのに対し、結晶粒子の表面のみで構成されている本発明の焼結体（実施例 1、2）は粒子脱落が殆どない。

【0015】

【発明の実施の形態】本発明のウエハ保持装置は、窒化アルミニウム焼結体の表層に形成される 6 μm を越える粗大結晶粒子を従来のように鏡面状態とするのではなく、以下に述べるような特定の方法を用いて脱落させて除去し、平均粒径 3 μm 乃至 6 μm の内部結晶粒子の粒子表面を焼結体の表面として表出させた特定焼結体により構成されることが顕著な特徴である。

【0016】本発明のウエハ保持装置を構成する窒化アルミニウム焼結体に於いて、焼結加工前の焼結体自体は、公知の原料を用い、公知の焼成方法で作製されたものを用いることができる。原料窒化アルミニウムとしては、必ずしもこれに限定されるものではないが、純度 97% 以上が好ましく、より好ましくは 99% 以上である。不純物はエッティングされやすいため、できるだけ少ない方がよい。また、平均粒径が好ましくは 3 μm 以下、より好ましくは 1.5 μm 以下の AlN 粉末が用いられる。そして、これに必要に応じ希土類酸化物、Ni 化合物、希土類フッ化物等の焼結助材、バインダー、及び溶媒を添加、混合し、泥漿状態とし、例えば、ドクタ

一ブレード法を用いて所定形状に成形し、あるいは、泥漿をスプレードライヤーにより乾燥させて造粒物とした後、金型中に充填してメカプレス成型法やラバープレス成型法を用いて成形する。

【0017】この成形体を、必要に応じ、脱脂（脱バインダー）等を行う。脱脂は、真空中、不活性ガス雰囲気中、大気中で行うことができるが、N<sub>2</sub> 中で行うのが好ましい。脱脂温度は、通常、100乃至800°C程度、好ましくは350乃至600°C程度の温度で行う。10 0°C未満では、脱脂が十分ではなく、800°Cを越えても効果は変わらない。

【0018】次に、窒素雰囲気中で、1800～2100°Cで焼成する。1800°C未満では焼結が進行しない。窒素雰囲気以外や2100°Cより高温であると、窒化アルミニウムが分解してしまう。この焼結体は、焼成温度や焼成時間を調整することにより、内部結晶粒子を平均粒径3 μm乃至6 μmの比較的均質な結晶粒子とすることができる。その際、焼結体表層の結晶粒子は6 μmを越える粗大結晶粒子となる。

【0019】本発明に於いては、内部結晶粒子の平均粒径が3 μm乃至6 μm、特に4乃至6 μmの範囲にある焼結体を用いることがより好ましい。このようにして得られた焼結体を、本発明に於いては、例えば、下記に述べるような研削加工を施す等の手段により、その表面から焼成時に生成した粗大結晶粒子より成る表層を除去し、それに替えて、内部の平均粒径3 μm乃至6 μmの結晶粒子より成る粒子表面を表出させた表面粗さ（R<sub>a</sub>）0.6 μm以下、好ましくは0.3 μm以下のウエハ保持装置の表面を形成すると共に、所定の形状に仕上げる。

【0020】本発明の平均粒径3 μm乃至6 μmの結晶粒子表面より成る表面粗さ（R<sub>a</sub>）0.6 μm以下のウエハ保持装置表面を形成させる手段としては、必ずしもこれに限定されるものではないが、典型的には、研削抵抗を下げて研削加工することにより達成される。研削抵抗は、研削中に砥石にかかる力で表示されるが、この抵抗の大きさは、一般に、工作物速度（送り速度）、切り込み深さ（切り込み量）、砥石速度等の研削操作条件の他、ダイヤモンド砥粒の粒径、集中度、ボンドの結合度等の砥石条件に依存して定まる。そのため、これらの条件を適宜設定することにより、所望の研削抵抗とする。

【0021】本発明に於ける研削加工は、窒化アルミニウムを研削加工により鏡面状態とする場合の比研削抵抗値（30乃至40 kg/mm<sup>2</sup> · mm程度）の約5割以下の比抵抗値となるように研削条件を設定する。しかし、5 kg/mm<sup>2</sup> · mm未満であると、研削抵抗が低くなり過ぎて研削が困難となるため、5～20 kg/mm<sup>2</sup> · mmとなるように研削条件を設定する。用いる砥石としては、ダイヤモンド砥粒の結合度が軟らかい程、砥粒集中度は小さい程、砥粒の粒径は大きい程、研削抵

抗は小さくなるため、適宜調整する。比研削抵抗値が5～20 kg/mm<sup>2</sup> · mmとなるような研削条件として具体例をあげると、例えば、ダイヤモンド工業協会規格（IDAS703-1971）での砥石条件：SD270L100B3.0を使用の場合、研削操作条件：送り300 mm/sec以下、切り込み量2 μm以下、砥石条件：SD800L75B3.0の場合、研削操作条件：送り300 mm/sec以下、切り込み量1 μm以下、に設定できる。

【0022】本発明のウエハ保持装置は半導体製造工程で用いるサセプターや静電チャックなどのウエハ保持装置に広く適用することができ、その形状に関しては、特に限定されるものではなく、通常用いられる円盤状、四角形板状等各形状に成形することができる。

【0023】

【実施例】「窒化アルミニウム焼結体試料の調製」純度99.8%、平均粒径2 μmの窒化アルミニウム粉末100重量部、焼結助材としてY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末5重量部及びバインダーとエタノールを加えて混合し、泥漿とし、スプレードライヤーにより乾燥させて造粒物を得た。次いで、得られた造粒物を用いて角形と円盤（サセプター形状）試料片を夫々成形し、各成形体をN<sub>2</sub> 中600°Cで加熱し、脱脂（脱バインダー処理）した後、1900°Cの窒素雰囲気中で焼成して焼結体試料片（四角形板状試料：20×20×2 mm、円盤状試料：外径200 mm、厚さ5 mm）を得た。なお各試料は、夫々の焼成時間を調節して焼結体内部の結晶粒子の平均粒径が下記に示した粒径となるようにした。

【0024】「CF<sub>4</sub>ガス雰囲気に於ける耐食試験（実験1）」上記焼結体試料の内、四角形板状試料を用い、その表層を下記に示す条件で研削して得られた3種類の試料（実施例1、実施例2、比較例1）を用意した。実施例1の研削条件は、砥石条件：SD270L100B3.0、研削操作条件：送り200 mm/sec、切り込み量1 μmとした。この時の比研削抵抗値は15 kg/mm<sup>2</sup> · mmであり、粗大結晶粒子を脱落させて取り除いた。これによって得られた実施例1は、表面粗さ（R<sub>a</sub>）0.4 μm、研削後の平均粒径3 μm～4 μm、その表面状態は結晶粒子表面であった。また、実施例2の研削条件は、砥石条件：SD270L100B3.0、研削操作条件：送り200 mm/sec、切り込み量5 μmとした。この時の比研削抵抗値は20 kg/mm<sup>2</sup> · mmであり、粗大結晶粒子を脱落させて取り除いた。これによって得られた実施例2は、表面粗さ（R<sub>a</sub>）0.6 μm、研削後の平均粒径5 μm～6 μm、その表面状態は結晶粒子表面であった。また、比較例1の研削条件は、砥石条件：SD270L100B3.0、研削操作条件：送り100 mm/sec、切り込み量0.5 μmとした。この時の比研削抵抗値は5 kg/mm<sup>2</sup> · mmであり、粗大結晶粒子を脱落させて

取り除いた。これによって得られた比較例1は、表面粗さ( $R_a$ )0.3  $\mu\text{m}$ 、研削後の平均粒径2  $\mu\text{m}$ ~3  $\mu\text{m}$ 未満、その表面状態は、結晶粒子表面であった。

【0025】また、四角形板状試料の表層を、下記に示す条件で研削して得られた2種類の試料(比較例2、比較例3)を用意した。比較例2の研削条件は、砥石条件:SD270N150B3.0、研削操作条件:送り200mm/s e c、切り込み量1  $\mu\text{m}$ とした。この時の比研削抵抗値は40 kg/mm<sup>2</sup>·mmであり、鏡面状態とした。これによって得られた比較例2は、表面粗さ( $R_a$ )0.2  $\mu\text{m}$ 、研削後の平均粒径3  $\mu\text{m}$ ~4  $\mu\text{m}$ 、その表面状態は、粒子内部が表出した状態であった。また、比較例3の研削条件は、砥石条件:SD270L150B3.0、研削操作条件:送り100mm/s e c、切り込み量1  $\mu\text{m}$ とした。この時の比研削抵抗値は30 kg/mm<sup>2</sup>·mmであり、これによって得られた比較例3は、表面粗さ( $R_a$ )0.6  $\mu\text{m}$ 、研削後の平均粒径5  $\mu\text{m}$ ~6  $\mu\text{m}$ 、その表面状態は粒子内部が表出した状態であった。なお、表面粗さは、触針式表面粗さ測定機により測定した。

【0026】次いで、これ等の試料を、一般的なケミカルドライエッティング装置中で、下記条件下で試験し、試験後の各試料を下記の方法で評価した。

(試験条件) CF<sub>4</sub> 70%、O<sub>2</sub> 30%からなるエッティングガスを導入するとと共に、装置内の圧力を0.25 Torrにし、試料片を200°C及び1000°Cに100時間加熱した。

(評価方法) 試験後の各試料片の表面をSEM(走査型電子顕微鏡)により観察し、結晶粒子の脱落状態(剥離状態)を調べた。なお、剥離状態は、250  $\mu\text{m}$ ×150  $\mu\text{m}$ のSEM写真を取り、その領域内の剥離面積の割合を表示した。結果を表1に示す。表1から明らかなように、本発明の実施例となる実施例1、2は、剥離がなく耐食性に優れている。これに対し、粒径が3  $\mu\text{m}$ 未満と小さく、粒界相の多い比較例1や結晶粒子内部が表出した状態である比較例2、3は、1000°Cの高温下において10%の剥離がみられ、耐食性に劣る。

【0027】

【表1】

	剥離状態	
	200°C	1000°C
実施例1	剥離なし	剥離なし
実施例2	剥離なし	剥離なし
比較例1	剥離なし	10%
比較例2	剥離なし	10%
比較例3	剥離なし	10%

【0028】「C1F<sub>4</sub>ガス雰囲気に於ける耐食試験(実験2)」焼結体試料として、円盤状(サセプター形状)試料片を用い、その表層を下記に示す条件で研削して得られた4種類の試料(実施例3、実施例4、比較例4、比較例5)を用意した。実施例3の研削条件は、砥石条件:SD270L100B3.0、研削操作条件:

送り200mm/s e c、切り込み量1  $\mu\text{m}$ とした。この時の比研削抵抗値は15 kg/mm<sup>2</sup>·mmであり、粗大結晶粒子を脱落させて取り除いた。このようにして得られた実施例3は、表面粗さ( $R_a$ )0.4  $\mu\text{m}$ 、研削後の平均粒径3  $\mu\text{m}$ ~4  $\mu\text{m}$ 、表面状態は結晶粒子表面であった。また実施例4の研削条件は、砥石条件:SD270L100B3.0、研削操作条件:送り200mm/s e c、切り込み量5  $\mu\text{m}$ とした。この時の比研削抵抗値は20 kg/mm<sup>2</sup>·mmであり、粗大結晶粒子を脱落させて取り除いた。これによって得られた実施例4は、表面粗さ( $R_a$ )0.6  $\mu\text{m}$ 、研削後の平均粒径5  $\mu\text{m}$ ~6  $\mu\text{m}$ 、その表面状態は結晶粒子表面であった。また、比較例4の研削条件は、砥石条件:SD270L100B3.0、研削操作条件:送り100mm/s e c、切り込み量1  $\mu\text{m}$ とした。この時の比研削抵抗値は10 kg/mm<sup>2</sup>·mmであり、粗大結晶粒子を脱落させて取り除いた。これによって得られた比較例4は、表面粗さ( $R_a$ )0.7  $\mu\text{m}$ 、研削後の平均粒径6  $\mu\text{m}$ ~7  $\mu\text{m}$ 、表面状態は、結晶粒子表面であった。また比較例5の研削条件は、砥石条件:SD270L100B3.0、研削操作条件:送り100mm/s e c、切り込み量0.5  $\mu\text{m}$ とした。この時の比研削抵抗値は5 kg/mm<sup>2</sup>·mmであり、粗大結晶粒子を脱落させて取り除いた。これによって得られた比較例5は、表面粗さ( $R_a$ )0.3  $\mu\text{m}$ 、研削後の平均粒径2  $\mu\text{m}$ ~3  $\mu\text{m}$ 未満、表面状態は結晶粒子表面であった。

【0029】また、試料の表層を、下記に示す条件で研削して得られた3種類の試料(比較例6、比較例7、比較例8)を夫々用意した。比較例6の研削条件は、砥石条件:SD270N150B3.0、研削条件:送り

200 mm/sec.、切り込み量 1  $\mu\text{m}$ とした。この時の比研削抵抗値は、40 kg/mm<sup>2</sup> · mm であり、鏡面状態とした。これによって得られた比較例 6 は、表面粗さ (R a) 0.2  $\mu\text{m}$ 、研削後の平均粒径 3  $\mu\text{m}$  ~ 4  $\mu\text{m}$ 、その表面状態は、粒子内部が表出した状態であった。また、比較例 7 及び比較例 8 の研削条件は、砥石条件: SD 270 L 150 B 3.0、研削操作条件: 送り 100 mm/sec.、切り込み量 1  $\mu\text{m}$ とした。この時の比研削抵抗値は 30 kg/mm<sup>2</sup> · mm であり、これによって得られた比較例 7 は、表面粗さ (R a) 0.6  $\mu\text{m}$ 、研削後の平均粒径 5  $\mu\text{m}$  ~ 6  $\mu\text{m}$ 、その表面状態は粒子内部が表出した状態であった。また、比較例 8 は、表面粗さ (R a) 0.7  $\mu\text{m}$ 、研削後の平均粒径 6  $\mu\text{m}$  ~ 7  $\mu\text{m}$ 、その表面状態は、粒子内部が表出した状態であった。

【0030】次いで、これ等の試料を、ケミカルドライエッティング装置中で、下記条件下で試験し、試験後の各試料を下記の方法で評価した。

(試験条件) C 1 F<sub>3</sub> 80%、N<sub>2</sub> 18%、O<sub>2</sub> 2% からなるエッティングガスを導入するとと共に、装置内の 20 壓力を 20 Torr にし、試料片を 600 °C に 100 時間加熱した。

(評価方法) 試験後に、装置中の円盤状試料 (サセプタ一形状) 上に 8 インチの Si ウエハを載置し、チャンバー内を大気圧から 20 Torr に 3 分間で減圧後、そのウエハを取り出し、ウエハ上に在る 0.1  $\mu\text{m}$  以上のパーティクルの個数をパーティクルカウンターで数えた。その結果を表 2 に示す。表 2 から明らかなように、本発明の実施例となる実施例 3, 4 は、エッティングによる結晶粒子の脱落やウエハと保持装置との摩擦によるパーティクルの発生がなく、耐食性に優れている。比較例 4 は、表面粗さが大きいため、摩擦によりパーティクルが

発生した。粒径が 3  $\mu\text{m}$  未満と小さく粒界相の多い比較例 5 や結晶粒子内部が表出した状態である比較例 6, 7 は、エッティングにより結晶粒子が脱落し、パーティクルが発生した。また、比較例 8 は、表面粗さも大きく、結晶粒子内部が表出した状態であるため、エッティングによる粒子の脱落と摩擦により多くのパーティクルが発生した。

【0031】

【表 2】

	600 °C
実施例 3	なし
実施例 4	なし
比較例 4	17 個
比較例 5	19 個
比較例 6	22 個
比較例 7	24 個
比較例 8	54 個

【0032】

【発明の効果】上記したとおり、窒化アルミニウム焼結体から成る本発明のウエハ保持装置及びその製造方法によれば、高温下で、ハロゲン系ガス雰囲気に曝されても焼結体粒子の脱落によるパーティクルの発生が抑制され、且つウエハとウエハ保持装置との摩擦によるパーティクルの発生も回避され、パーティクルの発生を低減でき、耐食性に優れたウエハ保持装置を提供できる。

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-214491

(43)Date of publication of application : 06.08.1999

(51)Int.Cl.

H01L 21/68  
C04B 35/581  
H01L 21/205  
H01L 21/3065

(21)Application number : 10-025063

(71)Applicant : TOSHIBA CERAMICS CO LTD

(22)Date of filing : 22.01.1998

(72)Inventor : SANO KOJI  
OSHIMA KAZUYUKI  
MURAMATSU SHIGEKO

## (54) WAFER HOLDER AND PRODUCTION THEREOF

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To suppress generation of particles due to falling particles from a sintered material by composing the surface of a wafer holder of the crystal grain surface of sintered aluminum nitride having specified surface roughness and an average grain size.

**SOLUTION:** Crystal grains are removed by grinding from the surface layer of a material obtained by sintering aluminum nitride powder to expose inner crystal grains having mean grain size of 3–6  $\mu\text{m}$ . Surface roughness (Ra) of the sintered aluminum nitride is set at 0.6  $\mu\text{m}$  or less. Crystal grains are removed by grinding the surface layer of the sintered aluminum nitride under conditions of specific grinding resistance of 5–20 kg/mm<sup>3</sup>. According to the method, generation of particles due to falling particles from the sintered material can be suppressed even if the material is exposed to a halogen based gas atmosphere under a high temperature and generation of particles due to friction between a wafer and a wafer holder can be avoided.